

⑬ **BUNDESREPUBLIK
DEUTSCHLAND**



**DEUTSCHES
PATENTAMT**

⑫ **Offenlegungsschrift**
⑩ **DE 195 18 449 A 1**

⑳ Aktenzeichen: 195 18 449.1
㉑ Anmeldetag: 19. 5. 95
㉒ Offenlegungstag: 30. 11. 95

㉓ Int. Cl.⁶:
C 08 L 83/04
C 08 L 83/08
C 08 J 3/03
B 01 F 17/00
C 08 G 77/26
C 08 G 77/46
A 61 K 7/48
A 61 K 7/50
A 61 K 7/075
// A61K 7/13, B01F
17/34, 17/42, 17/28,
17/52

DE 195 18 449 A 1

③① Unionspriorität: ③② ③③ ③①

27.05.94 US 250124 11.10.94 US 321640
10.02.95 US 385293

⑦① Anmelder:

General Electric Co., Schenectady, N.Y., US

⑦④ Vertreter:

Sieb, R., Dipl.-Chem. Dr.rer.nat., Pat.-Anw., 69514
Laudenbach

⑦② Erfinder:

Berthiaume, Marianne Dolores, Latham, N.Y., US;
Merrifield, James Hale, Ballston Spa, N.Y., US;
Riccio, Donna Ann, Watervliet, N.Y., US

⑤④ Verfahren zum Herstellen von Mikroemulsionen aus Mischungen von Aminosilicon-Flüssigkeiten und MQ-Harz

⑤⑦ Mikroemulsions-Zusammensetzungen, umfassend MQ-Harze und mikroemulgierbare Aminosilicon-Flüssigkeiten oder -Kautschuke und ein oberflächenaktives Mittel mit einer hohen Phaseninversions-Temperatur, die damit hergestellten Mikroemulsionen, ein Mittel zum Herstellen der Mikroemulsionen und Körperpflege-Produkte, die diese Mikroemulsionen umfassen.

DE 195 18 449 A 1

Beschreibung

Gebiet der Erfindung

5 Die vorliegende Erfindung umfaßt ein Verfahren zum Herstellen von Mikroemulsionen. Das Verfahren nach der Erfindung umfaßt das Vermengen einer Mischung aus Aminosilicon-Flüssigkeit und MQ-Harz mit einem oberflächenaktiven Mittel, das eine hohe Phaseninversions-Temperatur aufweist, Hinzugeben einer etwa gleichen Menge Wasser bei einer Temperatur, die etwa gleich der Phaseninversions-Temperatur des oberflächenaktiven Mittels ist, Ansäuern, gefolgt vom raschen Hinzugeben von Wasser. Die vorliegende Erfindung umfaßt
 10 weiter Körperpflege-Produkte, die die nach dem erfindungsgemäßen Verfahren hergestellte Mikroemulsion umfassen.

Hintergrund der Erfindung

15 Die vorliegende Erfindung bezieht sich auf ein Verfahren zum Herstellen von Mikroemulsions-Mischungen mit einer mittleren Teilchengröße von etwa 0,001 μm bis etwa 0,05 μm , wobei die Mischung mindestens ein Silicon geringen Aminogehaltes, ein Harz oder ein MQ-Harz und ein oberflächenaktives Mittel mit einer hohen Phaseninversions-Temperatur umfaßt. Die vorliegende Erfindung bezieht sich weiter auf diese Mikroemulsionen umfassende Körperpflege-Produkte.

20 Mikroemulsionen, die Silicon-Flüssigkeiten enthalten, haben sich als in einer Vielfalt von Körperpflege-Produkten brauchbar erwiesen. Der Begriff "Mikroemulsionen", wie er hier benutzt wird, bezieht sich auf transparente, mechanisch und thermisch stabile Systeme, die kleine Tröpfchen mit einem mittleren Teilchendurchmesser umfassen, der üblicherweise nicht mehr als 0,05 μm , vorzugsweise nicht mehr als 0,040 μm und am bevorzugtesten nicht mehr als 0,025 μm beträgt. Die geringe Größe der Tröpfchen verleiht der Emulsion einen hohen Grad der Transparenz bzw. Durchsichtigkeit.

Der Einsatz von Mikroemulsionen ist bekannt, siehe zum Beispiel US-PS 4,797,272 (Linn et al.) und 4,620,878 (Gee). Die US-PS 4,797,272 offenbart W/O-Mikroemulsions-Zusammensetzungen mit einer mittleren Tröpfchengröße im Bereich von 0,001 μm bis etwa 0,200 μm . Die US-PS 4,620,878 offenbart eine Polyorganosiloxan-Emulsion, die ein Polyorganosiloxan, das mindestens einen polaren Rest, wie einen Amino- oder Ammoniumrest, der durch Si—C- oder Si—O—C-Bindungen an das Silicium des Siloxans gebunden ist oder mindestens einen Silanolrest aufweist, und mindestens ein oberflächenaktives Mittel enthält, das im Polyorganosiloxan unlöslich ist. Wasser wird zur Bildung eines durchscheinenden Ölkonzentrates hinzugegeben. Das durchscheinende Ölkonzentrat wird dann rasch in Wasser dispergiert, um Emulsionen ziemlich geringer Teilchengrößen herzustellen. Ein Nachteil der Lehren von Gee ist es, daß das Ölkonzentrat mit sehr großen Wassermengen verdünnt werden muß, so daß die Endemulsion selten mehr als etwa 5 Gew.-% Silicon-Feststoffe enthält. Die nach Gee hergestellten Emulsionen haben typischerweise eine mittlere Teilchengröße von weniger als 0,14 μm . Mikroemulsionen flüchtiger Silicone werden zum Beispiel durch die US-PS 4,782,095 und 4,801,447 gelehrt, doch erfordern diese Mikroemulsionen große Mengen an oberflächenaktiven Mitteln. Die in Emulsionen nach dem Stande der Technik erforderlichen hohen Mengen an oberflächenaktiven Mitteln sind für viele Anwendungen
 40 nachteilig.

Chrobaczek und Tschida lehren in der US-PS 5,057,572 die Herstellung eines Aminoalkyl-substituierten Polysiloxans, bei der die Silicon-Flüssigkeit, ein wasserlöslicher Emulgator, im Gegensatz zu Gee, Wasser und eine Säure kombiniert und auf 50°C erhitzt werden. Chrobaczek lehrt nicht die Notwendigkeit einer spezifischen Reihenfolge der Verfahrensstufen, wie die Reihenfolge der Zugabe. Während das von Chrobaczek gelehrt Verfahren auf Silicon-Flüssigkeiten mit einem Aminogehalt von 0,1 meq/g anwendbar ist, ergeben sich in der Praxis nur dann Mikroemulsionen, wenn der Aminogehalt oberhalb einer Schwelle von etwa 0,12—0,14 meq/g liegt. Unterhalb dieses Schwellenniveaus ist die Teilchengröße der Emulsion derart, daß die Emulsion trübe ist und daher nicht wirklich eine Mikroemulsion, da Mikroemulsionen zu einem größeren oder kleineren Maße eine optische Transparenz aufweisen, wie durch eine ASTM-Trübungszahl von weniger als etwa 150 gemessen.

Breneman et al. lehren in der US-PS 5,234,495 die Herstellung von Mikroemulsionen mittels eines Verfahrens, das das Vermengen eines organo-modifizierten Polysiloxans, zum Beispiel eines aminofunktionellen Polysiloxans, eines organo-modifizierten Polysiloxan-Emulgators, von Wasser und eines Alkalimetallsalzes benutzt. Das Erhitzen einer solchen Mischung auf oberhalb des Trübungspunktes der Mischung und das gleichzeitige Aussetzen der Mischung gegenüber einem Vermischen mit hoher Scherkraft erzeugt eine flüssige Phase, die unter Bildung einer Mikroemulsion abgekühlt werden kann.

Mikroemulsionen von aminofunktionellen Siliconen, insbesondere von eine hohe Viskosität aufweisenden, aminofunktionellen Silicon-Flüssigkeiten oder Kautschuken, ergeben nützliche Resultate, wenn sie in Formulierungen für Körperpflege-Produkte eingesetzt werden. Weiter verleihen MQ-Harze Körperpflege-Produkten erwünschte Eigenschaften. Es sind auch Verfahren zum Einarbeiten von MQ-Harzen in Körperpflege-Produkte sowie das Herstellen von Mikroemulsionen von MQ-Harzen erwünscht. Weiter ist die Schaffung alternativer oder verbesserter Verfahren zum Herstellen von Mikroemulsionen mit geringer mittlerer Teilchengröße erwünscht.

Zusammenfassung der Erfindung

65 In einer Ausführungsform umfaßt die vorliegende Erfindung eine transparente O/W-Mikroemulsion, umfassend:

(a) eine mikroemulgierbare Aminosilicon-Flüssigkeit oder einen solchen Kautschuk, (b) ein MQ (oder alternativ ein Siloxysilicat)-Harz oder eine Mischung davon, (c) ein oberflächenaktives Mittel mit einer hohen Phaseninversions-Temperatur und (d) Wasser.

In einem anderen Aspekt schafft die vorliegende Erfindung ein Verfahren zum Herstellen einer transparenten Polyorganosiloxan-Mikroemulsion mit einer mittleren Teilchengröße von etwa 0,001 bis etwa 0,050 µm, vorzugsweise von etwa 0,010 bis etwa 0,030 µm und am bevorzugtesten von etwa 0,010 bis etwa 0,025 µm, umfassend eine mikroemulgierbare Aminosilicon-Flüssigkeit hoher Viskosität oder einen solchen Kautschuk und mindestens ein oberflächenaktives Mittel mit einer hohen Phaseninversions-Temperatur.

Andere Aspekte der Erfindung sind Mikroemulsionen aus Polydimethylsiloxan-MQ-Harzmischungen und Körperpflege-Produkte, die die Mikroemulsionen der vorliegenden Erfindung umfassen.

Detaillierte Beschreibung der Erfindung

Die vorliegende Erfindung beruht auf der Feststellung, daß funktionelle Gruppen aufweisende Silicone, wie aminofunktionelle Silicon-Flüssigkeiten oder -Kautschuke zur Bildung von Mikroemulsionen in der Lage sind und mit oberflächenaktiven Mitteln einer hohen Phaseninversions-Temperatur vermischt werden können, wobei die Mischung derart verarbeitet werden kann, daß sie eine Mikroemulsion bildet. Es wurde festgestellt, daß beim Vermischen mit anderen Harzen, insbesondere MQ-Harzen, die aminofunktionelle Silicon-MQ-Harzmischung mikroemulgiert werden kann. Solche Mikroemulsionen sind im allgemeinen transparent oder durchscheinend. Unter transparent versteht die Anmelderin die Abwesenheit einer Trübung, wobei Trübung durch einen ASTM-Test definiert ist, insbesondere den ASTM-Test Nr. D871, der Trübungs-Suspensionsstandards benutzt, und worin die genannte Trübung unterhalb einer Obergrenze von etwa 150 liegt. Bei Niveaus der Trübungszahl oberhalb von etwa 50 beginnen sich die Mikroemulsionen der vorliegenden Erfindung graduell von durchsichtig zu durchscheinend zu ändern. Die Trübungszahlen der Mikroemulsionen der vorliegenden Erfindung liegen im Bereich von 0 bis etwa 150, bevorzugter von 0 bis etwa 80 und am bevorzugtesten von 0 bis etwa 50. Die Trübungs-Suspensionsstandards, die beim ASTM-Test D871 benutzt werden, sind von der Hellige Incorporated, Garden City, New York, erhältlich. Die Anmelderin weist darauf hin, daß reines destilliertes Wasser auf der Trübungsskala den Wert 0 hat.

Polyorganosiloxan-Mikroemulsionen, die nach dem Verfahren der vorliegenden Erfindung hergestellt sind, haben eine mittlere Teilchengröße von etwa 0,005 bis etwa 0,050 µm, vorzugsweise von etwa 0,010 bis etwa 0,030 µm und am bevorzugtesten von etwa 0,010 bis etwa 0,025 µm. Im allgemeinen stehen Trübung und mittlere Teilchengröße in Beziehung zueinander, doch werden sie auch durch die relativen Mengen der drei Hauptbestandteile der Emulsion beeinflusst, das Siliconöl oder Mischungen davon, den Emulgator und das Wasser. Während bei einem konstanten Verhältnis von Öl zu Wasser die Trübung und die mittlere Teilchengröße in Beziehung zueinander stehen könnten, ist die Trübung selbst nicht sowohl ein notwendiges als auch genügendes Kriterium, um ein Indikator der mittleren Teilchengröße in einer Mikroemulsion zu sein, sofern nicht andere Einschränkungen spezifiziert sind.

Unter "mikroemulgierbar" versteht die Anmelderin die Fähigkeit zur Bildung einer Mikroemulsion, in der die mittlere Teilchengröße im Bereich von 0,0001 µm bis etwa 0,050 µm liegt. Unter "mikroemulgierbarem Silicon" versteht die Anmelderin ein Silicon oder eine Mischung von Siliconen, die, wie vorstehend definiert, eine Mikroemulsion bilden können.

Die Phaseninversions-Temperatur ist die Temperatur, bei der ein gegebenes oberflächenaktives Mittel gleichermaßen in einer lipophilen als auch einer hydrophilen Phase löslich sind, die den gleichen Raum einnehmen. Im allgemeinen ist die interessierende oder einzusetzende, hydrophile Phase Wasser. Bei der Phaseninversions-Temperatur befinden sich das oberflächenaktive Mittel, die hydrophile Phase und die lipophile Phase in einem thermodynamischen Zustand minimaler freier Energie. Dieser thermodynamische Zustand ist durch ein Minimum der Teilchengröße der damit gebildeten Emulsion charakterisiert, wenn die Mischung emulgiert wird. Die Phaseninversions-Temperatur hat somit eine Tendenz, für eine gegebene Zusammensetzung von Komponenten spezifisch zu sein. Während die Phaseninversions-Temperatur als eine Funktion der Zusammensetzung variiert, variiert die Phaseninversions-Temperatur über einen sehr viel engeren Temperaturbereich, wenn eine der beiden flüssigen Phasen, zum Beispiel Wasser, konstant gehalten wird, so daß die Phaseninversions-Temperatur einer Reihe von Mischungen betrachtet wird, die ein gegebenes oberflächenaktives Mittel, Wasser und eine Vielfalt lipophiler Phasen benutzen, die mit dem Wasser nicht mischbar sind.

In einer Ausführungsform der vorliegenden Erfindung wird eine Mischung aus Öl, Harz und oberflächenaktivem Mittel hergestellt durch Vermengen:

(1) einer Menge von 1 bis 40, bevorzugter 5 bis 40 und am bevorzugtesten von 10 bis 30 Teilen auf 100 Teile der Endzusammensetzung der Mikroemulsion, eines mikroemulgierbaren Polyorganosiloxans, A(1), das gegebenenfalls einen Aminogehalt von etwa 0,10 bis etwa 3,0 Milliäquivalenten (meq)/g aufweist und ein oder mehrere Silicone der Formel umfaßt:



wobei in der obigen Formel R ein Kohlenwasserstoff oder ein Kohlenwasserstoffrest mit 1 bis etwa 6 Kohlenstoffatomen ist, Q ein polarer Rest der allgemeinen Formel $-R^1HZ$ ist, worin R^1 eine zweiwertige, verbindende Gruppe ist, die an Wasserstoff und den Rest Z gebunden ist, zusammengesetzt aus Kohlenstoff- und Wasserstoffatomen, Kohlenstoff-, Wasserstoff- und Sauerstoffatomen oder Kohlenstoff-, Wasserstoff- und Stickstoffatomen, und Z ein organischer, aminofunktioneller Rest ist, der mindestens eine amino-

funktionelle Gruppe enthält; "a" Werte im Bereich von etwa 0 bis etwa 2 annimmt, "b" Werte im Bereich von etwa 1 bis etwa 3 annimmt, "a" + "b" kleiner als oder gleich 3 ist, und "c" eine Zahl im Bereich von etwa 1 bis etwa 3 ist, und x eine Zahl im Bereich von 1 bis etwa 2.000, vorzugsweise von etwa 3 bis etwa 50 und am bevorzugtesten von etwa 3 bis etwa 25 ist, und y eine Zahl im Bereich von etwa 20 bis etwa 10.000, vorzugsweise von etwa 125 bis etwa 10.000 und am bevorzugtesten von etwa 150 bis etwa 1.000 ist, und M eine geeignete Silicon-Endgruppe ist, wie sie im Stande der Technik bekannt ist, vorzugsweise Trimethylsiloxy. Nicht einschränkende Beispiele der durch R repräsentierten Reste schließen Alkylreste, wie Methyl, Ethyl, Propyl, Isopropyl, Butyl, Isobutyl, Amyl, Isoamyl, Hexyl, Isohexyl und ähnliche; Alkenylreste, wie Vinyl, Halogenvinyl, Alkylvinyl, Allyl, Halogenallyl, Alkylallyl; Cycloalkylreste, wie Cyclobutyl, Cyclopentyl, Cyclohexyl und ähnliche; Phenylreste, Benzylreste, Halogenkohlenwasserstoffreste, wie 3-Chlorpropyl, 4-Brombutyl, 3,3,3-Trifluorpropyl, Chlorcyclohexyl, Bromphenyl, Chlorphenyl und ähnliche sowie schwefelhaltige Reste, wie Mercaptoethyl, Mercaptopropyl, Mercaptohexyl, Mercaptophenyl und ähnliche ein; vorzugsweise ist R ein Alkylrest, der 1 bis etwa 6 Kohlenstoffatomen enthält, und am bevorzugtesten ist R Methyl. Beispiele von R¹ schließen Methylen, Ethylen, Propylen, Hexamethylen, Decamethylen, $-\text{CH}_2\text{CH}(\text{CH}_3)\text{CH}_2-$, Phenylen, Naphthylen, $-\text{CH}_2\text{CH}_2\text{SCH}_2\text{CH}_2-$, $-\text{CH}_2\text{CH}_2\text{OCH}_2-$, $-\text{OCH}_2\text{CH}_2-$, $-\text{OCH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2-$, $-\text{CH}_2\text{CH}(\text{CH}_3)\text{C}(\text{O})\text{OCH}_2-$, $-(\text{CH}_2)_3\text{CC}(\text{O})\text{OCH}_2\text{CH}_2-$, $-\text{C}_6\text{H}_4\text{C}_6\text{H}_4-$, $-\text{C}_6\text{H}_4\text{CH}_2\text{C}_6\text{H}_4-$ und $-(\text{CH}_2)_3\text{C}(\text{O})\text{SCH}_2\text{CH}_2-$ ein.

Z ist ein organischer, aminofunktioneller Rest, enthaltend mindestens eine funktionelle Aminogruppe. Eine mögliche Formel für Z ist $\text{NH}(\text{CH}_2)_z\text{NH}_2$, worin z 1 oder mehr ist. Eine andere mögliche Formel für Z ist $-\text{NH}(\text{CH}_2)_z(\text{CH}_2)_{zz}\text{NH}_2$, worin sowohl z als auch zz unabhängig 1 oder mehr sind, wobei diese Struktur Diamino-Ringstrukturen umfaßt, wie Piperazinyl. Z ist am bevorzugtesten ein $-\text{NHCH}_2\text{CH}_2\text{NH}_2$ -Rest. Eine andere mögliche Formel für Z ist $-\text{N}(\text{CH}_2)_z(\text{CH}_2)_{zz}\text{NX}_2$ oder $-\text{NX}_2$, worin jedes X von X₂ unabhängig ausgewählt ist aus der Gruppe bestehend aus Wasserstoff und Alkylgruppen mit 1 bis 12 Kohlenstoffatomen, und zz 0 ist.

Q ist am bevorzugtesten ein polarer, aminofunktioneller Rest der Formel



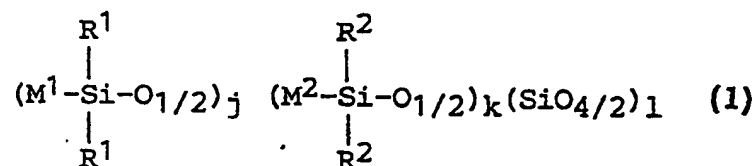
In den Formeln nimmt "a" Werte im Bereich von etwa 0 bis etwa 2 an, "b" nimmt Werte im Bereich von etwa 2 bis etwa 3 an, "a" + "b" ist kleiner als oder gleich 3, und "c" ist eine Zahl im Bereich von etwa 1 bis etwa 3. Das molare Verhältnis der $\text{R}_a\text{Q}_b\text{SiO}_{(4-a-b)/2}$ -Einheiten zu den $\text{R}_c\text{SiO}_{(4-c)/2}$ -Einheiten liegt im Bereich von etwa 1 : 2 bis 1 : 65, vorzugsweise von etwa 1 : 5 bis etwa 1 : 65 und am bevorzugtesten von etwa 1 : 15 bis etwa 1 : 20. Werden ein oder mehrere Silicone der obigen Formel eingesetzt, dann können die verschiedenen variablen Substituenten in der obigen Formel bei den verschiedenen Siliconkomponenten, die in der Siliconmischung vorhanden sind, verschieden sein.

Es ist bevorzugt, aminofunktionelle Silicon-Kautschuke oder -Flüssigkeiten A(1) in der vorliegenden Erfindung einzusetzen, die die Formel haben:



worin x eine Zahl im Bereich von 1 bis etwa 2.000, vorzugsweise von etwa 3 bis etwa 50 und am bevorzugtesten von etwa 3 bis etwa 25 ist und y eine Zahl im Bereich von etwa 20 bis etwa 10.000, vorzugsweise von etwa 125 bis etwa 10.000 und am bevorzugtesten von etwa 150 bis etwa 1.000 ist, wobei die aminofunktionelle Silicon-Flüssigkeit oder der entsprechende Kautschuk eine Viskosität im Bereich von 100 bis 10.000.000 mm²/s bei 25°C, vorzugsweise eine Viskosität im Bereich von 200 bis 20.000 mm²/s und am bevorzugtesten eine Viskosität im Bereich von 500 bis 5.000 mm²/s aufweist;

(2) zusätzliches Einmischen einer Menge im Bereich von 10 bis 30 Teilen auf 100 der Endzusammensetzung der Mikroemulsion, eines MQ-Harzes, A(2), der allgemeinen Formel:

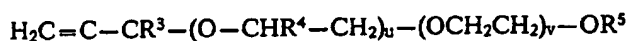


worin sowohl R¹ als auch R² eine Alkylgruppe mit 1 bis 12 Kohlenstoffatomen sein können, und sowohl M¹ als auch M² unabhängig Phenyl, Phenethyl, Polyether, Wasserstoff oder Alkyl mit 1 bis 23 Kohlenstoffatomen in irgendeiner Kombination sein können, wobei die Einschränkung gilt, daß das Verhältnis der tiefgestellten Buchstaben j, k und l die folgende Beziehung erfüllt:

$$0,5 \leq (j+k)/l \leq 4,0 \quad (2)$$

Das MQ-Harz selbst ist ein Polymer, zusammengesetzt aus einer Verteilung beispielhafter Bestandteile mit einem Bereich von Molekulargewichten. Das MQ-Harz kann in einem speziellen Fall definiert werden, indem man den Wert für l gleich 1 setzt. Wenn l = 1, liegt j im Bereich von 0 bis 4 und k im Bereich von 0 bis 4. Aufgrund der Einschränkungen der chemischen Stöchiometrie sind, wenn l = 1, j + k = 4. Es ist auch

bevorzugt, daß das Verhältnis von $(j+k)/l$ gleich etwa 2 ist. Die Beziehung der Gleichung 2) ist Gegenstand der weiteren Einschränkung, daß $j+k$ mindestens 1 sein muß. Ein bevorzugtes Harz hat die folgenden Werte für die tiefgestellten Buchstaben j, k und l : $j=2, k=0$ und $l=1$, wenn $R^1 = CH_3$. Wenn M^1 und/oder M^2 ein Polyether ist, dann hat der Polyether die allgemeine Formel:



worin $R^3 = (CH_2)_n-$ ist, wobei n einen Bereich von 1 bis etwa 20 aufweist, R^4 ist eine Alkylgruppe mit 1 bis 20 Kohlenstoffatomen, und R^5 ist ausgewählt aus der Gruppe bestehend aus H , $-CH_3$ und $-C(O)CH_3$; und wo u und v ganze Zahlen im Bereich von 0 bis 20 unter der Einschränkung sind, daß $u+v \geq 1$ sind. Es ist zu bemerken, daß die in den Mikroemulsions-Zusammensetzungen der vorliegenden Erfindung, dem Verfahren zum Herstellen der Mikroemulsionen der vorliegenden Erfindung und den kosmetischen Formulierungen, die die Mikroemulsionen der vorliegenden Erfindung benutzen, eingesetzten MQ-Harze Viskositäten haben, die im Bereich von 50 bis 5.000, vorzugsweise 50 bis 3.000 und am bevorzugtesten von 100 bis 2.000 mm²/s bei 25°C aufweisen;

(3) Hinzugeben von etwa 1 bis 30 Teilen auf 100 der Endzusammensetzung der Mikroemulsion von mindestens einem oberflächenaktiven Mittel, A(4), zu der Siliconmischung aus den Stufen (1) und (2), worin mindestens eines der oberflächenaktiven Mittel eine hohe Phaseninversions-Temperatur aufweist, die allgemein im Bereich von etwa 45 bis etwa 95°C liegt;

(4) Erhitzen der Mischung aus Silicon(en) und oberflächenaktivem(n) Mittel(n) auf eine Temperatur im Bereich von etwa 45°C bis etwa 95°C, die eine Temperatur unterhalb der Phaseninversions-Temperatur des (der) oberflächenaktiven Mittel(s) ist, unter Rühren;

(5) langsames Hinzugeben von Wasser, Teil I-Wasser in den Beispielen, in einer Menge gleich dem Gewicht der in Teil I benutzten Silicone

(6) Hinzugeben einer Säuremenge derart, daß der End-pH der Mikroemulsion zwischen etwa 4 und 7 liegt, wobei Stufen (5) und (6) entweder durch die separate Zugabe von Wasser und einer geeigneten Säure oder durch die Zugabe einer wässrigen Lösung einer geeigneten Säure vorzugsweise gleichzeitig ausgeführt werden. Eine geeignete Säure ist Essigsäure, doch können andere Säuren auch benutzt werden, wie HCl, unterphosphorige Säure, Milch-, Propion-, Glykol-, Ameisen- und Salpeter-Säure;

(7) Hinzugeben von Wasser, Teil II-Wasser in den Beispielen, in einer Menge im Bereich von 40 bis etwa 90 Teilen, wobei das Teil II-Wasser eine Temperatur im Bereich von 0°C bis etwa 95°C unterhalb der Temperatur der angesäuerten Emulsion hat, so daß die Zugabe dieses kalten Wassers die Temperatur der Mikroemulsion schnell verringert.

Zusätzlich kann das Teil II-Wasser ein Polymer hohen Molekulargewichtes enthalten, wie Polyvinylalkohol, Hydroxymethylcellulose oder ähnliche, um die Stabilität der fertigen Emulsion zu verbessern.

A(4) enthält mindestens ein oberflächenaktives Mittel, wobei mindestens eines der oberflächenaktiven Mittel eine Phaseninversions-Temperatur im Bereich von 50°C bis etwa 95°C aufweist, wobei dieses oberflächenaktive Mittel im folgenden als das primäre oberflächenaktive Mittel bezeichnet wird. Andere wahlweise oberflächenaktive Mittel werden als sekundäre oberflächenaktive Mittel bezeichnet.

Das oberflächenaktive Mittel oder die Mischung von oberflächenaktiven Mitteln hat einen hydrophil-lipophilen Ausgleichswert von etwa 10 bis etwa 16, vorzugsweise von etwa 11 bis etwa 16 und am bevorzugtesten von etwa 12 bis etwa 13. Der bevorzugte hydrophil-lipophile Ausgleichswert kann als Folge der Erhöhung des Anteils flüchtigen Silicons im mikroemulgierbaren Silicon variieren.

Das primäre oberflächenaktive Mittel kann kationischer, anionischer, nichtionischer oder amphoterer Natur sein. Beispiele solcher oberflächenaktiven Mittel sind in der US-PS 4,620,878 von Gee offenbart, die durch Bezugnahme hier aufgenommen wird. Im allgemeinen sind in der vorliegenden Erfindung nichtionische, oberflächenaktive Mittel bevorzugt.

Als primäres oberflächenaktives Mittel in der vorliegenden Erfindung brauchbare oberflächenaktive Mittel schließen die Polyoxyethylen-Sorbitan-Ester von C₁₀ bis C₂₂-Fettsäuren ein, die bis zu 95% Ethylenoxid enthalten; Polyoxyethylen-Sorbit-Ester von C₁₀ bis C₂₂-Fettsäuren, Polyoxyethylen-Derivate von fetten Phenolen mit 6 bis 20 Kohlenstoffatomen mit bis zu 95% Ethylenoxid; fette Amino- und Amido-Betaine mit 10 bis 22 Kohlenstoffatomen und Polyethylen-Kondensate von C₁₀ bis C₂₂-Fettsäuren oder Fettalkoholen mit bis zu 95% Ethylenoxid.

Bevorzugte primäre oberflächenaktive Mittel für die Ausführung der vorliegenden Erfindung schließen die Alkylphenoxypolyethoxyethanole, die nichtionische oberflächenaktive Mittel sind und variierende Mengen von Ethylenoxid-Einheiten enthalten und von der Union Carbide Corporation unter dem allgemeinen Handelsnamen TRITON® erhältlich sind, die Trimethylnonylpolyethylenglykolether und Polyethylenglykolether von 11–15 Kohlenstoffatome enthaltenden Alkoholen, die linear oder verzweigt, vorzugsweise verzweigt, sein können und von der Union Carbide Corporation unter dem allgemeinen Handelsnamen TERGITOL® erhältlich sind sowie die nichtionischen ethoxylierten Tridecylether ein, die von Emery Industries unter dem Handelsnamen TRYCOL® erhältlich sind, doch sind sie auf diese nicht beschränkt.

Die bevorzugten oberflächenaktiven Mittel zum Einsatz als primäres oberflächenaktives Mittel der vorliegenden Erfindung sind die Trimethylnonylpolyethylenglykolether und Polyethylenglykolether von 11–15 Kohlenstoffatome enthaltenden Alkoholen, die linear oder verzweigt, vorzugsweise verzweigt, sein können und von der Union Carbide Corporation unter dem Handelsnamen TERGITOL® erhältlich sind. Ein bevorzugtes oberflächenaktives Mittel zum Einsatz als das primäre oberflächenaktive Mittel der vorliegenden Erfindung ist ein Trimethylnonylpolyethylenglykolether. Das am meisten bevorzugte primäre oberflächenaktive Mittel ist

2,6,8-Trimethyl-4-nonyloxypolyethylenoxid (TERGITOL® TMN-6).

Die wahlweisen, sekundären oberflächenaktiven Mittel können anionisch, kationisch, nichtionisch oder amphoter sein, und sie können entweder löslich oder unlöslich im bevorzugten aminofunktionellen Silicon A(1) sein. Nichtionische oberflächenaktive Mittel sind bevorzugt. Nicht einschränkende Beispiele der oberflächenaktiven Mittel, die im aminofunktionellen Silicon löslich sind, schließen die Alkylphenoethoxylate ein. Ein besonders bevorzugtes, wahlweises, sekundäres oberflächenaktives Mittel ist TRITON X-405®.

Vorzugsweise ist das in dieser Erfindung eingesetzte, wahlweise, sekundäre oberflächenaktive Mittel im Silicon A(1) unlöslich. Die bevorzugten oberflächenaktiven Mittel zum Einsatz als sekundäre oberflächenaktive Mittel in der vorliegenden Erfindung sind die Alkylphenoxyethoxyethanole.

Die Menge von A(4) liegt im Bereich von etwa 1 bis etwa 30, vorzugsweise von etwa 1 bis etwa 20 und am bevorzugtesten von etwa 5 bis etwa 15 Gewichtsteile auf 100 Gewichtsteile der fertigen Mikroemulsion-Zusammensetzung.

Die Mischung aus Siliconen, oberflächenaktiven Mitteln und Wasser wird in einem Homogenisator oder einer anderen geeigneten Mischvorrichtung homogenisiert. Die zur Bildung einer homogenen Mischung oder Emulsion erforderliche Zeit in dieser Stufe hängt von den Parametern der Mischvorrichtung ab, und diese kann vom Fachmann ohne unangemessenes Experimentieren bestimmt werden. Ein Mischen unter hoher Schereinwirkung, entweder bei Umgebungsdruck oder unter Bedingungen, wo das Reaktionsmedium unter Druck steht, sind im allgemeinen nicht erforderlich, um die Mikroemulsionen der vorliegenden Erfindung zu bilden. Da die Mischung ein oberflächenaktives Mittel mit einer hohen Phaseninversions-Temperatur enthält, muß die Temperatur, bei der die Mikroemulsion gebildet wird, sorgfältig kontrolliert werden. Die Stufe der Zugabe des Teil I-Wassers wird bei einer Temperatur im Bereich von 45–95°C, bevorzugter im Bereich von 55–90°C und am bevorzugtesten im Bereich zwischen 65°C und 85°C ausgeführt.

In Stufe (6) wird die Mikroemulsion angesäuert, um den pH der Emulsion in einen Bereich von 4–7, bevorzugter von 5–6,5 und am bevorzugtesten von 5,5–6,5 zu bringen. Diese Stufe ist besonders wirksam, wenn sie mit Stufe (5) kombiniert wird.

Um den pH des Reaktionsmediums zu ändern, ist es erforderlich, die Menge des aminofunktionellen Silicons oder Silicons in Betracht zu ziehen, die in der Reaktionsmischung vorhanden ist. Die Menge der Säure, die erforderlich ist, solche pH-Werte zu schaffen, hängt von der Menge des aminofunktionellen Silicons oder der Silicon-Flüssigkeit A(1) und dem Aminogehalt der aminofunktionellen Silicon-Flüssigkeit ab. Hat zum Beispiel die aminofunktionelle Silicon-Flüssigkeit einen Aminogehalt von 0,6 Milliäquivalenten (meq)/g, dann beträgt die Menge der Säure, die genügt, um einen pH innerhalb des erwünschten Bereiches zu schaffen, etwa 2,5 Gewichtsteile auf 100 Gewichtsteile der aminofunktionellen Silicon-Flüssigkeit. Hat die aminofunktionelle Silicon-Flüssigkeit einen Aminogehalt von 3,0 meq/g, dann wird das Gewicht der Säure etwa 1,25 Gewichtsteile auf 100 Gewichtsteile der Flüssigkeit betragen. Während die Gewichtsmengen der Säure, die zum Erzielen eines gegebenen pH erforderlich sind, in Abhängigkeit vom Molekular- und Äquivalent-Gewicht der ausgewählten Säure zur Kontrolle des pH variieren können, ist die Einstellung des pH auf den erwünschten Wert der primäre Zweck der Säurezugabe. Weiter wurde festgestellt, daß die Zugabe der Säure gleichzeitig mit der Zugabe des Teil I-Wassers erfolgen muß.

Die Mikroemulsionen der vorliegenden Erfindung mit dem aminofunktionellen Silicon sind brauchbar in einer Vielfalt von Körperpflege-Anwendungen, wie Haar-Konditionierungsmitteln, den sogenannten 2-in-1-Shampoos und Haarfestiger-Zubereitungen, wie Formgebungs-Gelschäumen und ähnlichem. Für Zwecke der Anwendungen zur Körperpflege umfassen die Konditionierungs-Formulierungen im allgemeinen einen Gehalt an Mikroemulsion mit aminofunktionellem Silicon im Bereich von etwa 1 Gew.-% bis etwa 20 Gew.-%, bevorzugter von etwa 5 Gew.-% bis etwa 10 Gew.-% und am bevorzugtesten von etwa 6 Gew.-% bis etwa 7 Gew.-%. Für die Zwecke der Anwendungen in 2-in-1-Shampoo-Formulierungen liegt der Gehalt an Mikroemulsion mit aminofunktionellem Silicon im allgemeinen im Bereich von etwa 0,5 Gew.-% bis etwa 10 Gew.-%, bevorzugter von etwa 1 Gew.-% bis etwa 5 Gew.-% und am bevorzugtesten von etwa 3 Gew.-% bis etwa 4 Gew.-%. Für die Anwendungen in Festiger-Formulierungen umfaßt der Gehalt an Mikroemulsion mit aminofunktionellem Silicon im allgemeinen einen Bereich von etwa 0,5 Gew.-% bis etwa 10 Gew.-%, bevorzugter von etwa 2 Gew.-% bis etwa 6 Gew.-% und am bevorzugtesten von etwa 3 Gew.-% bis etwa 5 Gew.-%. Die Körperpflege-Produkte, die nach dem Verfahren der vorliegenden Erfindung hergestellte Mikroemulsionen benutzen, haben im allgemeinen Trübungszahlen unter etwa 100. Die Anmelderin weist darauf hin, daß die zuvor angegebenen Gew.-%-Bereiche solche für die fertigen Mikroemulsionen, als einer Komponente des Körperpflege-Produktes, sind. Eine nach dem Verfahren der vorliegenden Erfindung hergestellte Mikroemulsion wird daher einen Silicon-Gehalt im Bereich von etwa 0,5 Gew.-% bis etwa 25 Gew.-% aufweisen, der von etwa 0,1 Gew.-% bis etwa 7 Gew.-% der fertigen Zusammensetzung des Körperpflege-Produktes ausmacht, wenn die Mikroemulsion in ein solches Produkt eingebracht wird. Zusätzlich können die Mikroemulsionen der vorliegenden Erfindung in Produkte zur Textilbehandlung, zur Hautpflege, einschließlich Farbkosmetika, eingebracht werden.

Alle oben genannten US-PS werden hiermit spezifisch durch Bezugnahme aufgenommen.

Experimentelles

Das oben in der detaillierten Beschreibung erläuterte Verfahren wurde zur Herstellung nicht einschränkender Beispiele 1 bis 24 benutzt, die veranschaulichend für die Mikroemulsionen der vorliegenden Erfindung sind. Der Einsatz dieser Mikroemulsionen in Körperpflege-Produkten wird auch demonstriert. Die Beispiele 39 bis 43 sind veranschaulichend für Körperpflege-Formulierungen.

Beispiel 1

Unter Erwärmen auf 70°C wurden 16 Teile eines aminofunktionellen Silicons (linear, Trimethylsilyl-Endgruppen, $-(CH_2)_3-NH-CH_2-CH_2-NH_2$, Viskosität von 150–400 mm²/s, Amingehalt von 0,12 meq/g) mit 8 Teilen TERGITOL TMN-6 vermischt. Dann wurde Teil I-Wasser (16 Teile) tropfenweise bei 70°C hinzugegeben. Nach Abschluß der Wasserzugabe wurde 1 Teil Essigsäure hinzugegeben. Die Mischung verdickte sich und wurde durchscheinend. Dann gab man Teil II-Wasser (58 Teile) unter gutem Rühren schnell hinzu. Nach dem Abkühlen wurde eine Mikroemulsion mit einer ASTM-Trübungszahl von etwa 40 erhalten.

Vergleichsbeispiel 1

Dieses Beispiel wurde in der gleichen Weise hergestellt wie Beispiel 6 in der US-PS 5,057,572. Unter Erwärmen auf 70°C wurden 16 Teile eines aminofunktionellen Silicons (linear, Trimethylsilyl-Endgruppen, $-(CH_2)_3-NH-CH_2-CH_2-NH_2$, Viskosität von 150–400 mm²/s, Amingehalt von 0,12 meq/g) mit 8 Teilen TERGITOL TMN-6 und 74 Teilen Wasser zur Bildung einer homogenen Mischung vermennt. Dann gab man Milchsäure (1 Teil) bei 70°C hinzu. Nach dem Abkühlen wurde eine milchige Emulsion erhalten. Die Trübungszahl dieser Zubereitung war größer als 200.

Beispiel 2

Dieses Beispiel zeigt die Wirkung der langsamen Zugabe des Teil II-Wassers. Während des Erwärmens auf 70°C wurden 20 Teile eines aminofunktionellen Silicons (linear, Trimethylsilyl-Endgruppen, $-(CH_2)_3-NH-CH_2-CH_2-NH_2$, Viskosität von 150–400 mm²/s, Amingehalt von 0,12 meq/g) mit 12,5 Teilen TERGITOL TMN-6 vermischt. Teil I-Wasser wurde bei 70°C tropfenweise hinzugegeben. Nach Abschluß der Wasserzugabe wurden 0,5 Teile Essigsäure hinzugegeben. Die Mischung verdickte sich und wurde durchscheinend. Dann gab man Teil II-Wasser (53 Teile) tropfenweise unter gutem Rühren hinzu. Die Mischung wurde langsam dicker und schließlich, gegen Ende der Wasserzugabe, dünner. Nach dem Abkühlen wurde eine Mikroemulsion mit einer Trübungszahl von etwa 200 erhalten.

Beispiele 3–7

Diese Beispiele zeigen die Wirkung verschiedener Mengen von Teil I-Wasser (die Mengen sind in g angegeben):

Komponente	Beisp. 3	Beisp. 4	Beisp. 5	Beisp. 6	Beisp. 7
Amino-Flüssigkeit					
A1	65	65	65	65	65
TERGITOL TMN-6	40	40	40	40	40
Teil I-Wasser	40	65	90	120	220
Essigsäure	1	1	1	1	1
Teil II-Wasser	180	155	1130	100	0
Trübung	150	30	90	200+	200+
pH	5,5	5,5	5,5	5,5	nm

nm = nicht gemessen

Beispiele 8–12

Diese Beispiele zeigen die Wirkung verschiedener Mengen von oberflächenaktivem Mittel (die Mengen sind in g angegeben):

	Komponente	Beisp. 8	Beisp. 9	Beisp. 10	Beisp. 11	Beisp. 12
5	Amino-Flüssigkeit					
	A1	65	65	65	65	65
	TERGITOL TMN-6	65	40	20	45	27,5
	Teil I-Wasser	65	65	65	65	65
10	Essigsäure	1	1	1	1	1
	Teil II-Wasser	130	155	175	150	167,5
	Trübung	100	40	200	80	100
15	pH	5,5	5,5	5,5	5,5	5,5

20 Beispiele 13—17

Diese Beispiele zeigen die Wirkung verschiedener Temperaturen des Teil II-Wassers und des Einsatzes verschiedener Amino-Flüssigkeiten (die Mengen sind in g angegeben):

	Komponente	Beisp. 13	Beisp. 14	Beisp. 15	Beisp. 16	Beisp. 17
25	Amino-Flüssigkeit					
30	A1	65	65	65	0	0
	Amino-Flüssigkeit					
	A2	0	0	0	65	65
35	TERGITOL TMN-6	40	40	40	40	40
	Teil I-Wasser	65	65	65	65	65
	Essigsäure	1	1	1	1	1
40	Teil II-Wasser	155	155	115	155	0
	Temperatur °C des Teil II-Wassers	25	0	75	25	25
	Trübung	40	50	50	15	30
45	pH	5,5	5,5	5,5	5,5	nm

nm = nicht bestimmt

50 Beispiele 18—24

Diese Beispiele zeigen die Wirkung des Einsatzes von Flüssigkeiten mit unterschiedlichen Amin-Konzentrationen bei geringem Aminogehalt (die Mengen sind in g angegeben):

55

60

65

Komponente	Bsp. 18	Bsp. 19	Bsp. 20	Bsp. 21	Bsp. 22	Bsp. 23	Bsp. 24	
Amino-Flüssigkeit A1	0	50	0	0	0	0	0	5
Amino-Flüssigkeit A3	65	15	25	15	0	0	0	
Amino-Flüssigkeit A4	0	0	40	50	65	40	65	10
Amino-Flüssigkeit A5	0	0	0	0	0	25	0	
TERGITOL TMN-6	40	40	40	40	40	40	40	15
Teil I-Wasser	65	65	65	65	65	65	220	
Essigsäure	1	1	1	1	1	1	1	
Teil II-Wasser	155	155	155	155	155	155	0	20
Trübung	220+	100	80	50	40	60	60	
pH	5,5	5,5	5,5	5,5	5,5	5,5	5,5	25

A3 = linear, Trimethylsilyl-Endgruppen, $-(CH_2)_3-NH-CH_2-CH_2-NH_2$, Viskosität 400 mm²/s, Amingehalt von 0,07 meq/g.

A4 = linear, Trimethylsilyl-Endgruppen, $-(CH_2)_3-NH-CH_2-CH_2-NH_2$, Viskosität 4.500–5.000 mm²/s, Amingehalt von 0,12 meq/g.

A5 = linear, Trimethylsilyl-Endgruppen, $-(CH_2)_3-NH-CH_2-CH_2-NH_2$, Viskosität 4.500–5.000 mm²/s, Amingehalt von 0,07 meq/g.

Beispiel 25

Während des Erwärms auf 70°C wurden 20 Teile eines aminofunktionellen Silicons (linear, Trimethylsilyl-Endgruppen, $-(CH_2)_3-NH-CH_2-CH_2-NH_2$ -Seitenkette, Viskosität von 270.000 mm²/s, Amingehalt von 0,6 meq/g) mit 12,5 Teilen TERGITOL TMN-6 vermischt. Teil I-Wasser (20 Teile) wurde dann tropfenweise bei 70°C hinzugegeben. Nachdem die Wasserzugabe abgeschlossen war, wurden 0,5 Teile Essigsäure hinzugegeben. Die Mischung verdickte sich schnell und wurde durchscheinend. Dann gab man Teil II-Wasser (47 Teile) rasch unter gutem Rühren hinzu. Eine Mikroemulsion mit einer Trübungszahl nach ASTM von etwa 40 wurde erhalten. Nach dem Wärmealtern für zwei Wochen bei 50°C erhöhte sich die Trübungszahl auf 50.

Beispiel 26

Dieses Beispiel zeigt die Wirkung der Zugabe eines Puffers zur Emulsions-Formulierung.

Während des Erwärms auf 70°C wurden 20 Teile eines aminofunktionellen Silicons (linear, Trimethylsilyl-Endgruppen, $-(CH_2)_3-NH-CH_2-CH_2-NH_2$ -Seitenkette, Viskosität von 270.000 mm²/s, Amingehalt von 0,6 meq/g) mit 12,5 Teilen TERGITOL TMN-6 vermischt. Teil I-Wasser (20 Teile) wurde dann tropfenweise bei 70°C hinzugegeben. Nachdem die Wasserzugabe abgeschlossen war, wurde eine Lösung von 2 Teilen Wasser, 0,5 Teilen Essigsäure und 0,25 Teilen Natriumacetat hinzugegeben. Die Mischung verdickte sich schnell und wurde durchscheinend. Dann wurde Teil II-Wasser (44,75 Teile) rasch unter gutem Rühren hinzugegeben. Man erhielt eine Mikroemulsion mit einer Trübungszahl nach ASTM von etwa 10. Nach dem Wärmealtern für zwei Wochen bei 50°C hatte sich die Trübungszahl auf 40 erhöht.

Beispiel 27

Dieses Beispiel zeigt die Wirkung der Variation der Menge des Teil I-Wassers.

Während des Erwärms auf 70°C wurden 20 Teile eines aminofunktionellen Silicons (linear, Trimethylsilyl-Endgruppen, $-(CH_2)_3-NH-CH_2-CH_2-NH_2$, Viskosität von 270.000 mm²/s, Amingehalt von 0,6 meq/g) mit 12,5 Teilen TERGITOL TMN-6 vermischt. Teil I-Wasser (24 Teile) wurde dann tropfenweise bei 70°C hinzugegeben. Nachdem die Wasserzugabe abgeschlossen war, wurden 0,5 Teile Essigsäure hinzugegeben. Die Mischung verdickte sich schnell und wurde durchscheinend. Diese Mischung war dünner als die in Beispiel 1 erhaltene und sehr viel leichter zu verarbeiten. Dann gab man Teil II-Wasser (47 Teile) rasch unter gutem Rühren hinzu. Eine Mikroemulsion mit einer Trübungszahl nach ASTM von etwa 10 wurde erhalten. Nach dem Wärmealtern für zwei Wochen bei 50°C erhöhte sich die Trübungszahl auf 40.

Beispiel 28

Dieses Beispiel zeigt die Wirkung der Variation der Menge des Teil I-Wassers.

- Während des Erwärms auf 70°C wurden 20 Teile eines aminofunktionellen Silicons (linear, Trimethylsilyl-Endgruppen, $-(CH_2)_3-NH-CH_2-CH_2-NH_2$ -Seitenkette, Viskosität von 270.000 mm²/s, Amingehalt von 0,6 meq/g) mit 12,5 Teilen TERGITOL TMN-6 vermischt. Teil I-Wasser (10 Teile) wurde dann tropfenweise bei 70°C hinzugegeben. Nachdem die Wasserzugabe abgeschlossen war, wurden 0,5 Teile Essigsäure hinzugegeben. Die Mischung verdickte sich schnell und wurde durchscheinend. Die Emulsion war zu dick, um mit einem Rührer von oben leicht gerührt zu werden. Dann gab man Teil II-Wasser (57 Teile) rasch unter gutem Rühren hinzu. Eine Mikroemulsion mit einer Trübungszahl nach ASTM von etwa 20 wurde erhalten. Nach dem Wärmealtern für zwei Wochen bei 50°C trennte sich die Emulsion in zwei Schichten.

Beispiel 29

- Dieses Beispiel zeigt die Wirkung des Einsatzes einer Mischung oberflächenaktiver Mittel.

Während des Erwärms auf 70°C wurden 20 Teile eines aminofunktionellen Silicons (linear, Trimethylsilyl-Endgruppen, $-(CH_2)_3-NH-CH_2-CH_2-NH_2$ -Seitenkette, Viskosität von 270.000 mm²/s, Amingehalt von 0,6 meq/g) mit 9 Teilen TERGITOL TMN-6 und 3 Teilen TRITON X-405 vermischt. Teil I-Wasser (24 Teile) wurde dann tropfenweise bei 70°C hinzugegeben. Nachdem die Wasserzugabe abgeschlossen war, wurden 0,5 Teile Essigsäure hinzugegeben. Die Mischung verdickte sich schnell und wurde durchscheinend. Dann gab man Teil II-Wasser (43,5 Teile) rasch unter gutem Rühren hinzu. Eine Mikroemulsion mit einer Trübungszahl nach ASTM von etwa 50 wurde erhalten. Nach dem Wärmealtern für zwei Wochen bei 50°C erhöhte sich die Trübungszahl auf 100.

Beispiel 30

- Dieses Beispiel zeigt die Wirkung des Einsatzes einer Mischung oberflächenaktiver Mittel.

Während des Erwärms auf 70°C wurden 20 Teile eines aminofunktionellen Silicons (linear, Trimethylsilyl-Endgruppen, $-(CH_2)_3-NH-CH_2-CH_2-NH_2$ -Seitenkette, Viskosität von 270.000 mm²/s, Amingehalt von 0,6 meq/g) mit 11 Teilen TERGITOL TMN-6 und 2,5 Teilen TRITON X-405 vermischt. Teil I-Wasser (24 Teile) wurde dann tropfenweise bei 70°C hinzugegeben. Nachdem die Wasserzugabe abgeschlossen war, wurden 0,5 Teile Essigsäure hinzugegeben. Die Mischung verdickte sich schnell und wurde durchscheinend. Dann gab man Teil II-Wasser (43,5 Teile) rasch unter gutem Rühren hinzu. Eine Mikroemulsion mit einer Trübungszahl nach ASTM von etwa 10 wurde erhalten. Nach dem Wärmealtern für zwei Wochen bei 50°C erhöhte sich die Trübungszahl nicht merkbar.

Beispiel 31

- Dieses Beispiel zeigt die Wirkung des Einsatzes einer Mischung oberflächenaktiver Mittel.

Während des Erwärms auf 70°C wurden 20 Teile eines aminofunktionellen Silicons (linear, Trimethylsilyl-Endgruppen, $-(CH_2)_3-NH-CH_2-CH_2-NH_2$ -Seitenkette, Viskosität von 270.000 mm²/s, Amingehalt von 0,6 meq/g) mit 8,5 Teilen TERGITOL TMN-6 und 1,5 Teilen TRITON X-405 vermischt. Teil I-Wasser (24 Teile) wurde dann tropfenweise bei 70°C hinzugegeben. Nachdem die Wasserzugabe abgeschlossen war, wurden 0,5 Teile Essigsäure hinzugegeben. Die Mischung verdickte sich schnell und wurde durchscheinend. Dann gab man Teil II-Wasser (43,5 Teile) rasch unter gutem Rühren hinzu. Eine Mikroemulsion mit einer Trübungszahl nach ASTM von etwa 100 wurde erhalten. Die Emulsion trennte sich beim Wärmealtern bei 50°C.

Beispiel 32

- Dieses Beispiel zeigte die Wirkung der Variation des aminofunktionellen Silicons.

Während des Erwärms auf 70°C wurden 20 Teile eines aminofunktionellen Silicons (linear, Trimethylsilyl-Endgruppen, $-(CH_2)_3-NH-CH_2-CH_2-NH_2$ -Seitenkette, Viskosität von 140.000 mm²/s, Amingehalt von 0,3 meq/g) mit 12,5 Teilen TERGITOL TMN-6 vermischt. Teil I-Wasser (20 Teile) wurde dann tropfenweise bei 70°C hinzugegeben. Nachdem die Wasserzugabe abgeschlossen war, wurden 0,5 Teile Essigsäure hinzugegeben. Die Mischung verdickte sich schnell und wurde durchscheinend. Dann gab man Teil II-Wasser (47 Teile) rasch unter gutem Rühren hinzu. Eine Mikroemulsion mit einer Trübungszahl nach ASTM von etwa 10 wurde erhalten. Nach dem Wärmealtern für zwei Wochen bei 50°C trennte sich die Emulsion in zwei Schichten.

Beispiel 33

- Dieses Beispiel zeigt die Wirkung des Einsatzes einer anderen Flüssigkeit.

Während des Erwärms auf 70°C wurden 20 Teile eines aminofunktionellen Silicons (linear, Trimethylsilyl-Endgruppen, $-(CH_2)_3-NH-CH_2-CH_2-NH_2$ -Seitenkette, Viskosität von 140.000 mm²/s, Amingehalt von 0,3 meq/g) mit 11 Teilen TERGITOL TMN-6 und 2,5 Teilen TRITON X-405 vermischt. Teil I-Wasser (24 Teile) wurde dann tropfenweise bei 70°C hinzugegeben. Nachdem die Wasserzugabe abgeschlossen war, wurden 0,5 Teile Essigsäure hinzugegeben. Die Mischung verdickte sich schnell und wurde durchscheinend. Dann gab man Teil II-Wasser (43,5 Teile) rasch unter gutem Rühren hinzu. Eine Mikroemulsion mit einer Trübungszahl nach ASTM von etwa 10 wurde erhalten. Nach dem Wärmealtern für zwei Wochen bei 50°C erhöhte sich die

Trübungszahl

Beispiele 34—38

Die Beispiele 34-38 wurden nach der in Beispiel 25 beschriebenen Technik ausgeführt. Eine Zusammenfassung der an den Beispielen 34—38 erhaltenen Ergebnisse ist in der folgenden Tabelle enthalten: 5

	Beisp. 34	Beisp. 35	Beisp. 36	Beisp. 37	Beisp. 38	
Flüssigkeit A	20	20	0	0	0	10
Flüssigkeit B	0	0	20	20	0	
Flüssigkeit C	0	0	0	0	20	15
Primäres oberflä- chenaktives Mittel ^a	12,5	8,5	12,5	8,5	12,5	
Sekundäres oberflä- chenaktives Mittel ^b	0	2,5	0	2,5	0	20
Teil I-Wasser	25	25	25	25	25	
Puffer	3,7	3,7	3,0	3,0	2,5	25
Teil II-Wasser	38,8	40,3	39,5	41	40	
Anfängliche Trübung	20	20	30	30	40	
Alterungs-Trübung	40	20	50	40	>100	30

Flüssigkeit A = linear, Trimethylsilyl-Endgruppen, $-(CH_2)_3-NH-CH_2-CH_2-NH_2$, Viskosität von 2.000.000 mm²/s, Amingehalt von 0,6 meq/g.

Flüssigkeit B = linear, Trimethylsilyl-Endgruppen, $-(CH_2)_3-NH-CH_2-CH_2-NH_2$, Viskosität von 1.500.000 mm²/s, Amingehalt von 0,3 meq/g. 35

Flüssigkeit C = linear, Trimethylsilyl-Endgruppen, $-(CH_2)_3-NH-CH_2-CH_2-NH_2$, Viskosität von 800.000 mm²/s, Amingehalt von 0,15 meq/g.

Primäres oberflächenaktives Mittel = TERGITOL TMN-6 von Union Carbide.

Sekundäres oberflächenaktives Mittel = TRITON X-405 von Union Carbide. 40

Pufferlösung sind 3 Teile Wasser, 0,5 Teile Essigsäure und 0,2 Teile Natriumacetat.

Alterung wurde 3 Wochen in einem oben verschlossenen Behälter unter Stickstoff bei 50°C in einem Ofen ausgeführt.

Beispiele 39—43

Formulierungen von Körperpflege-Produkten

Die durch die Beispiele 39—43 veranschaulichten Körperpflege-Produkte wurden unter Einsatz von Mikroemulsionen, die nach dem Verfahren der vorliegenden Erfindung hergestellt waren, indem man ein lineares Trimethylsilyl-Endgruppen aufweisendes, aminofunktionelles Silicon benutzte und die Mikroemulsionen einen Silicon-Gehalt von 20 Gew.-% aufwiesen, zubereitet. Die Beispiele 39 und 40 benutzten eine Mikroemulsion, umfassend eine Silicon-Flüssigkeit mit einer Viskosität von 150 mm²/s bei 25°C und einem Aminogehalt von 0,55 meq/g. Die Beispiele 41—43 benutzten eine Mikroemulsion, umfassend eine Aminosilicon-Flüssigkeit hoher Viskosität von 189.000 mm²/s bei 25°C und einem Aminogehalt von 0,30 meq/g. 50 55

Beispiel 39

Es wurde ein klares Konditionierungsmittel aus den folgenden Komponenten hergestellt: 60

65

Material	Menge (Gew.-%)
Entionisiertes Wasser	88,55
Hydroxyethylcellulose	1,0
Cetrimoniumchlorid	3,5
Silicon-Mikroemulsion	6,0
Glydant Plus®	0,2
Duftstoff	0,75

Das benutzte Herstellungsverfahren war folgendes:

Unter gutem Rühren wurde die Hydroxyethylcellulose zum entionisierten Wasser hinzugegeben. Nachdem eine vollständige Dispersion erzielt war, wurde das Glydant Plus® hinzugegeben und gerührt, bis die Mischung wieder klar war. Die wässrige Mischung wurde auf 60°C erhitzt. Als die Mischung klar war, gab man Cetrimoniumchlorid und die nach dem Verfahren der vorliegenden Erfindung hergestellte Silicon-Mikroemulsion einzeln hinzu. Man rührte die Mischung, während man sie abkühlen ließ. Bei einer Temperatur unterhalb von 40°C wurde der Duftstoff hinzugegeben. Das Rühren wurde 20 Minuten nach der Zugabe des Duftstoffes fortgesetzt.

Im allgemeinen können die Wahlkomponenten gemäß den Lehren des Stande der Technik variiert, ersetzt oder weggelassen werden. Um zum Beispiel ein Bakterienwachstum zu verhindern, können Haltbarkeitsmittel hinzugegeben werden. Zusätzlich können Duftstoffe, pH-einstellende Mittel, antistatische oder weichmachende Mittel, kationische Polymere, Verdickungsmittel, nichtionische Polymere, wie Acrylsäurepolymere, neutralisierende Materialien, wie Triethanolamin, Sonnenschutzmittel, Antioxidantien, Proteine, Vitamine, Pflanzenextrakte und ähnliche hinzugegeben werden.

Beispiel 40

Ein Konditionierungsmittel oder 2-in-1-Shampoo wurde aus den folgenden Komponenten hergestellt:

Material	Menge (Gew.-%)
Entionisiertes Wasser	33,89
Hydroxyethylcellulose	2,0
Ammoniumlaurylsulfat (als 26%-ige Lösung)	15,38
Ammoniumlaurethsulfat (als 28%-ige Lösung)	21,43
Cocamidopropylbetain (als 35%-ige Lösung)	11,43
Dowicil 200®	0,2
Silicon-Mikroemulsion	5,0
Zitronensäure	Genügend, um auf einen wünschten pH einzustellen
Lauramid DEA	3,5
Cetrimoniumchlorid	6,67
Duftstoff	0,5

Das angewendete Herstellungsverfahren war folgendes:

Die Hydroxyethylcellulose wurde zu dem Wasser hinzugegeben und gerührt, bis die Hydroxyethylcellulose gründlich solvatisiert war. Das Dowicil 200® wurde hinzugegeben und die wässrige Mischung gerührt und auf 60°C erhitzt. Die oberflächenaktiven Mittel wurden in der aufgeführten Reihenfolge einzeln hinzugegeben, gefolgt von einem Rühren, bis die Mischung ein homogenes Aussehen ergab. Das Lauramid DEA wurde geschmolzen und zu der Mischung hinzugegeben. Die Mischung wurde unter fortgesetztem Rühren abgekühlt. Nachdem die Temperatur unterhalb von 40°C lag, wurden die Silicon-Mikroemulsion und der Duftstoff einzeln hinzugegeben, gefolgt vom Rühren. Das Mischen wurde für etwa 20 Minuten nach der Zugabe der letzten Komponente fortgesetzt.

Beispiel 41

Es wurde eine klare, konditionierende Shampoo-Formulierung aus den folgenden Komponenten hergestellt:

Material	Gew.-%
Entionisiertes Wasser	31,32
Ammoniumlaurylsulfat (als 26%-ige Lösung)	24,00
Ammoniumlaurethsulfat (als 28%-ige Lösung)	14,30
Cocamidopropylbetain (als 35%-ige Lösung)	11,43
Aminosilikonkautschuk-Mikroemulsion	7,0
Cocamid MEA	2,5
Polysorbat 80	2,5
Lauramid DEA	2,0
Glycerin	2,0
Dimethicon-Copolyol	1,0
Guar-Hydroxypropyltrimoniumchlorid	0,75
Duftstoff	0,75
FD&C-Gelb Nr. 5 (1,0%-ige Lösung)	0,25
Methylparaben	0,15
Propylparaben	0,05

Das Methyl- und Propylparaben wurden in Wasser gelöst. Das Guar-Hydroxypropyltrimoniumchlorid wurde unter gutem Rühren langsam zu der wässrigen Lösung hinzugegeben. Nachdem die Guar-Verbindung grund-
 lich solvatiert war, gab man das Ammoniumlaurylsulfat, Ammoniumlaurethsulfat und das Cocamidopropylbe-
 tain einzeln, in dieser Reihenfolge, hinzu. Die Lösung wurde auf 56°C erhitzt. Das Lauramid DEA und das
 Cocamid MEA wurden zusammen geschmolzen und unter gutem Vermischen zu der heißen Lösung hinzugege-
 ben. Das Erhitzen wurde beendet. Das Polysorbat 80, Glycerin, Silicon-Flüssigkeit und Farbe sowie Duftstoff
 wurden, wie erwünscht, miteinander vermischt und zu der Lösung hinzugegeben, nachdem sich die Temperatur
 auf unterhalb 45°C verringert hatte. Das Rühren wurde weitere 10 bis 15 Minuten fortgesetzt, gefolgt von der
 Zugabe der Siliconkautschuk-Mikroemulsion. Nach der Zugabe der Siliconkautschuk-Mikroemulsion wurde das
 Rühren für weitere 15 Minuten fortgesetzt.

Beispiel 42

Es wurde eine Haarkonditioniermittel-Formulierung aus den folgenden Komponenten hergestellt:

Material	Gew.-%
Entionisiertes Wasser	73,40
Silikonkautschuk-Mikroemulsion	10,00
Cyclomethicon	5,00
Behentrimoniummethosulfat und Cetarylalkohol	2,75
Glycerin	2,50
Dimethicon-Copolyol	1,75
Stearamidopropyldimethylamin	1,50
Cetylalkohol	1,50
Pentaerythrit-Tetrastearat	1,30
Methylparaben	0,20
Propylparaben	0,10
Duftstoff	wie erwünscht

Das Methyl- und Propylparaben wurden in Wasser gelöst. Die Lösung erhitzte man auf 65°C. Behentrimoni-
 ummethosulfat und Cetarylalkohol, Stearamidopropyldiamin und Pentaerythrit-Tetrastearat wurden zusammen
 geschmolzen und unter gutem Rühren zu der Lösung hinzugegeben. Man ließ die Lösung abkühlen. Das
 Glycerin und das Dimethicon-Copolyol wurden zusammen mit wahlweisem Duftstoff miteinander vermischt und
 zu der Lösung hinzugegeben, nachdem deren Temperatur unter 45°C gefallen war, und man setzte das Rühren
 für 15 bis 20 Minuten fort. Die Siliconkautschuk-Mikroemulsion wurde unter Rühren für weitere 10 bis 15 Minu-
 ten hinzugegeben. Das Cyclomethicon wurde unter Rühren für zusätzliche 10 Minuten hinzugegeben.

Beispiel 43

Es wurde ein Haarkonditionierungs-Formgebungsschaum aus den folgenden Komponenten zubereitet:

	Material	Gew.-%
	Entionisiertes Wasser	79,45
	Polyquaternium 11	5,80
5	Oleth-20	0,75
	Siliconkautschuk-Mikroemulsion	1,50
	Dimethicon-Copolyol	0,50
	Treibmittel-Kohlenwasserstoffe	12,00

10 Das Wasser wurde auf 45°C erwärmt, das Polyquaternium 11 hinzugegeben und die Lösung geführt, bis eine vollständige Auflösung stattgefunden hatte. Dann gab man das Oleth-20 unter fortgesetztem Rühren bis zur vollständigen Auflösung hinzu. Die Lösung wurde dann auf unter 45°C abgekühlt und die Siliconkautschuk-Mikroemulsion und das Dimethicon-Copolyol hinzugegeben. Das Rühren wurde fortgesetzt, bis die Lösung abge-

15 kühlt war. Die flüssige Schaumzubereitung wurde dann in einen unter Druck setzbaren Behälter gefüllt und mit einer Mischung leichter Kohlenwasserstoffe unter Druck gesetzt.

Die vorgenannten Beispiele beschreiben allgemein die Zubereitung und Verwendungen von Mikroemulsionen, die aus einer einzigen Aminosilicon-Flüssigkeit zubereitet waren. Die Viskosität der Aminosilicon-Flüssigkeit kann in weitem Rahmen variieren. Die folgenden Beispiele beschreiben die Einbeziehung von MQ-Harzen zusammen mit einer aminofunktionellen Silicon-Flüssigkeit und die nachfolgende Mikroemulgierung der Mischung des MQ-Harzes und des aminofunktionellen Silicons sowie deren Einsatz in Körperpflege-Zusammensetzungen.

Beispiel 44

25 Allgemeines Verfahren der Emulgierung von Mischungen aus aminofunktionellem Silicon und MQ-Harz:

- 1) Vermengen eines MQ-Harzes A(2) mit einem aminofunktionellem Silicon A(1),
- 2) Hinzugeben von oberflächenaktiven Mitteln A(3) vorzugsweise eines Ethoxylats eines verzweigten sekundären Alkohols und vorzugsweise in einem Verhältnis von 1,0 : 0,625 (Öl/Harz-Mischung zum oberflächenaktiven Mittel, bezogen auf das Gewicht),
- 3) Vermischen bei 70–75°C,
- 4) langsames Hinzugeben von Teil I-Wasser unter Rühren in einer Menge gleich der Menge des Öls, während die Temperatur bei 70°C gehalten wird,
- 35 5) Hinzugeben von Säure, vorzugsweise Essigsäure, um den pH einzustellen,
- 6) rasches Hinzugeben von Teil II-Wasser, das zusätzliche lösliche Komponenten, wie Biozide und andere Zusätze, enthalten kann.

Beispiel 45

40 Körperpflege-Produkt unter Einsatz einer mikroemulgierten Mischung aus aminofunktionellem Silicon und MQ-Harz.

Eine Lösung von 50 Gew.-% eines Methyl-MQ-Harzes in Cyclomethicon wurde mit einer Aminosilicon-Flüssigkeit mikroemulgiert, wobei Trimethylsilylaminodimethicon einen Aminogehalt von 0,8 meq/g aufwies, und das Gewichtsverhältnis der Mischung der Silicone in Cyclomethicon 50% Aminosilicon-Flüssigkeit und 50% der MQ-Lösung betrug. Diese Mikroemulsion wurde zur Zubereitung eines Konditionierungsmittels zum Auffrischen von Locken bzw. Wellen in der folgenden Zusammensetzung benutzt:

	Material	Gew.-%
50	Entionisiertes Wasser	89,99
	Polyquaternium-11	0,67
	Aminomethylpropanol	0,03
55	Polysorbat-80	0,60
	Dimethicon-Copolyol	0,50
	Mikroemulsions-Mischung	5,00
	Glycerin	2,50
	Zitronensäure	0,01
60	Methylparaben	0,15
	Propylparaben	0,05
	Duftstoff	0,50

Beispiel 46

65 Körperpflege-Produkt unter Einsatz einer mikroemulgierten Mischung aus aminofunktionellem Silicon und MQ-Harz. Eine Lösung von 50 Gew.-% eines Methyl-MQ-Harzes in Cyclomethicon wurde mit einer Aminosilicon-Flüssigkeit mikroemulgiert, wobei Trimethylsilylamodimethicon einen Aminogehalt von 0,8 meq/g aufwies,

und das Gewichtsverhältnis der Mischung der Silicone in Cyclomethicon 50% Aminosilicon-Flüssigkeit und 50% der MQ-Lösung betrug. Diese Mikroemulsion wurde zur Zubereitung eines Hautpflege-Produktes mit der folgenden Zusammensetzung benutzt:

Material	Gew.-%	
Entionisiertes Wasser	79,90	
Cetylalkohol	2,00	
Glycerylstearat & PEG-100 Stearat	2,50	10
Acetylierter Lanolinalkohol	2,00	
Dimethicon	3,00	
Mikroemulsions-Mischung	8,00	
Magnesiumaluminiumsilicat	1,50	15
Duftstoff	0,50	
Propylparaben	0,10	
Butylparaben	0,15	
Methylparaben	0,15	
Phenoxyethanol	0,20	20

Im allgemeinen können die Wahlkomponenten in Körperpflege-Produkten gemäß den Lehren des Stande der Technik variiert, ersetzt oder weggelassen werden. Um zum Beispiel ein Bakteriumwachstum zu verhindern, können Konservierungsstoffe hinzugegeben werden. Zusätzliche Duftstoffe, pH-einstellende Mittel, antistatische oder erweichende Mittel, kationische Polymere, Verdickungsmittel, nichtionische Polymere, wie Acrylsäure-Polymere, neutralisierende Materialien, wie Triethanolamin, Sonnenschutzmittel, Antioxidantien, Proteine, Vitamine, Pflanzenextrakte und ähnliche können hinzugegeben werden.

Beispiel 47

Herstellung einer MQ-Mikroemulsion

Mit 15 Gewichtsteilen eines aminofunktionellen Silicons (linear, Trimethylsilyl-Endgruppen, $-(CH_2)_3-NH-(CH_2)_2-NH_2$ -Seitenkette, Viskosität von 1.500—2.500 mm²/s, Amingehalt von 0,8 meq/g) wurden 5 Gewichtsteile einer 1 : 1-Gewichtsmischung von MQ-Harz/flüchtigem Silicon (Ds) und 12 Gewichtsteile TERGITOL TMN-6[®] vermischt. Die Mischung wurde auf 65°C erhitzt. 20 Gewichtsteile Wasser wurden unter gutem Rühren langsam hinzugegeben, während auf 70°C erwärmt wurde. Nach Abschluß der Wasserzugabe wurden 0,5 Gewichtsteile Essigsäure hinzugegeben. Die Mischung verdickte und wurde im wesentlichen durchsichtig. Nach 2—5 minütigem Rühren bei 70°C gab man 47,5 Gewichtsteile Teil II-Wasser schnell unter gutem Rühren hinzu. Nach dem Abkühlen wurde eine Mikroemulsion mit einer Trübungszahl von 20 nach ASTM erhalten.

Die folgenden Beispiele veranschaulichen die Arten von Flüssigkeiten und Harzen, die Mikroemulsionen bilden:

	Komponente	Bsp. 48	Bsp. 49	Bsp. 50	Bsp. 51	Bsp. 52	Bsp. 53	Bsp. 54	Bsp. 55	Bsp. 56
5	Gewichtsteile auf 100 Gewichtsteile									
	Flüssigkeit A1	15	15	15	10	10	0	0	0	0
10	Flüssigkeit A2	0	0	0	0	0	15	15	12,5	10
	Harz R1	5	0	0	10	0	5	0	0	10
	Harz R2	0	5	0	0	10	0	5	7,5	0
15	Harz R3	0	0	5	0	0	0	0	0	0
	TMN-6	12	12	12	12	12	12	12	12	12
	Teil I-Wasser	20	20	20	20	20	20	20	20	20
20	Essigsäure	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5
	Teil II-Wasser	47,5	47,5	47,5	47,5	47,5	47,5	47,5	47,5	47,5
	ASTM-Trübung	10	10	10	20	20	10	20	20	200+

	Komponente	Bsp. 57	Bsp. 58	Bsp. 59	Bsp. 60	Bsp. 61	Bsp. 62	Bsp. 63	Bsp. 64	Bsp. 65
30	Gewichtsteile auf 100 Gewichtsteile									
35	Flüssigkeit A2	0	0	0	0	0	0	15	15	15
	Flüssigkeit A3	15	15	0	0	0	0	0	0	0
	Flüssigkeit A4	0	0	17,5	17,5	0	0	0	0	0
40	Flüssigkeit A5	0	0	0	0	15	17,5	0	0	0
	Harz R1	5	0	2,5	5	0	2,5	0	0	0
	Harz R2	0	5	0	0	5	0	5	5	0
45	Harz R3	0	0	0	0	0	0	0	0	5
	TMN-6	12	12	12	12	12	12	0	0	12
	15-S-9®	0	0	0	0	0	0	12	0	0
50	Minfoam 1X®	0	0	0	0	0	0	0	12	0
	Teil I-Wasser	20	20	20	20	20	20	20	20	20
	Essigsäure	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5
55	Teil II-Wasser	47,5	47,5	47,5	47,5	47,5	47,5	47,5	47,5	47,5
	ASTM-Trübung	20	20	60	100+	200+	200+	20	200+	20

Komponente	Bsp. 66	Bsp. 67	Bsp. 68	Bsp. 69	Bsp. 70	Bsp. 71	Bsp. 72	Bsp. 73	Bsp. 74	
Gewichtsteile auf 100										5
Gewichtsteile										
Flüssigkeit A1	17,5	0	15	15	17,5	17,5	0	0	17,5	
Flüssigkeit A2	0	17,5	0	0	0	0	17,5	17,5	0	10
Harz R4	2,5	2,5	0	0	2,5	0	0	0	0	
Harz R5	0	0	5	0	0	0	0	0	0	
Harz R6	0	0	0	5	0	0	0	0	0	15
Harz R7	0	0	0	0	0	2,5	2,5	0	0	
Harz R8	0	0	0	0	0	0	0	2,5	2,5	
TMN-6	12	12	12	12	12	12	12	12	12	20
Teil I-Wasser	20	20	20	20	20	20	20	20	20	
Essigsäure	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	
Teil II-Wasser	47,5	47,5	47,5	47,5	47,5	47,5	47,5	47,5	47,5	25
ASTM-Trübung	200+	200+	200+	200+	200+	200+	200+	200+	200+	
Flüssigkeit A1 ist ein lineares, Trimethylsilyl-Endgruppen aufweisendes Silicon mit $-(CH_2)_3-NH-(CH_2)_2-NH_2$ -Seitenkette, einer Viskosität von 1.500—2.500 mm ² /s, einem Amingehalt von 0,8 meq/g.										30
Flüssigkeit A2 ist ein verzweigtes, Trimethylsilyl-Endgruppen aufweisendes Silicon mit $(CH_2)_3-NH-(CH_2)_2-NH_2$ -Seitenkette, einer Viskosität von 150—300 mm ² /s, einem Amingehalt von 0,53 meq/g.										
Flüssigkeit A3 ist ein lineares, Trimethylsilyl-Endgruppen aufweisendes Silicon mit $-(CH_2)_3-NH-(CH_2)_2-NH_2$ -Seitenkette, einer Viskosität von 60.000 mm ² /s, einem Amingehalt von 0,3 meq/g.										35
Flüssigkeit A4 ist ein verzweigtes, Trimethylsilyl-Endgruppen aufweisendes Silicon mit $-(CH_2)_3-NH-(CH_2)_2-NH_2$ -Seitenkette, einer Viskosität von 150—300 mm ² /s, einem Amingehalt von 0,15 meq/g.										
Flüssigkeit A5 ist ein verzweigtes, Trimethylsilyl-Endgruppen aufweisendes Silicon mit $-(CH_2)_3-NH-(CH_2)_2-NH_2$ -Seitenkette, einer Viskosität von 10—40 mm ² /s, einem Amingehalt von 0,45 meq/g.										40
Harz R1 ist eine 1 : 1-Gewichtsmischung eines flüchtigen Silicons (D ₅) und von MQ-Methylharz, M/Q-Verhältnis = 0,76.										
Harz R2 ist eine 1 : 1-Gewichtsmischung eines Polydimethylsiloxans und von MQ-Methylharz, M/Q-Verhältnis = 0,76.										
Harz R3 ist eine getrocknete Version des Harzes R1, 100% Silicon-Feststoffe.										45
Harz R4 ist ein TD-Harz mit einem Phenyl : Methyl-Verhältnis von etwa 1 : 1 und etwa 85% Feststoffen in Naphthalin.										
Harz R5 ist ein TD-Harz mit einem Phenyl : Methyl-Verhältnis von etwa 1 : 1 und etwa 50% Feststoffen in Toluol.										
Harz R6 ist ein TD-Harz mit einem Phenyl : Methyl-Verhältnis von etwa 2 : 3 und etwa 80% Feststoffen in einer Lösungsmittelmischung von Toluol und Isopropylalkohol.										50
Harz R7 ist ein TD-Methylharz, 100% Silicon-Feststoffe mit einer Viskosität von 200—700 mm ² /s (centistokes).										
Harz R8 ist ein TD-Methylharz, 100% Silicon-Feststoffe, T/D-Verhältnis etwa 49 : 1.										
15-S-9 [®] ist ein oberflächenaktives Mittel aus ethoxyliertem, sekundärem Alkohol, das kommerziell von der Union Carbide Corporation erhältlich ist.										55
Minfoam-1X [®] ist eine Mischung von oberflächenaktiven Mitteln, umfassend ethoxylierte, sekundäre Alkohole, erhältlich von der Union Carbide Corporation.										
Während einer der Nutzen des Einsatzes der nach dem Verfahren der vorliegenden Erfindung zubereiteten Mikroemulsionen die Fähigkeit ist, klare Körperpflege-Produkte mit einer Trübungszahl nach ASTM unter etwa 100 bis 150 herzustellen, können, falls erwünscht, trübende Mittel in die Formulierungen der Körperpflege-Produkte eingearbeitet werden, wie in Beispiel 42 gezeigt. Die nach dem Verfahren der vorliegenden Erfindung zubereiteten Mikroemulsionen ergeben konditionierende Vorteile für eine Vielfalt von Körperpflege-Produkten, einschließlich Haarfarbe-Zusammensetzungen, Spülungen, neutralisierende Lotionen, Cremes, Gels, Schäume, Aerosols und Pumpsprays, doch sind sie auf diese nicht beschränkt.										60
Aus dem Vorhergehenden wird deutlich, daß viele andere Variationen und Modifikationen in den vorbeschriebenen Zusammensetzungen und Verfahren vorgenommen werden können, ohne wesentlich vom Verfahren und den Zusammensetzungen der vorliegenden Erfindung abzuweichen. Die vorbeschriebenen Ausführungsformen										65

der vorliegenden Erfindung sind daher nur beispielhaft, und sie sollen in keiner Weise den Umfang der beigefügten Ansprüche einschränken.

Patentansprüche

5

1. Durchscheinende O/W-Mikroemulsion, umfassend:

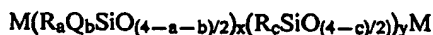
(a) ein mikroemulgierbares Silicon,

(b) ein oberflächenaktives Mittel mit einer Phaseninversions-Temperatur im Bereich von etwa 45°C bis etwa 95°C und

10

(c) Wasser.

2. Mikroemulsion nach Anspruch 1, worin das mikroemulgierbare Silicon ein Silicon der Formel ist:



15

worin R ein Kohlenwasserstoffrest mit 1 bis etwa 6 Kohlenstoffatomen ist, Q ein polarer Rest der allgemeinen Formel $-R^1 HZ$ ist, worin R^1 eine zweiwertige Verbindungsgruppe ist, die mit Wasserstoff und einem Rest Z verbunden ist, worin R^1 zusammengesetzt ist aus Kohlenstoff- und Wasserstoffatomen; Kohlenstoff-, Wasserstoff- und Sauerstoffatomen oder Kohlenstoff-, Wasserstoff- und Stickstoffatomen, und Z ein aminhaltiger Rest ist, ausgewählt aus der Gruppe bestehend aus Resten der Formel:

20



und

25



worin jedes X von X_2 unabhängig ausgewählt ist aus der Gruppe bestehend aus Wasserstoff und Alkylgruppen mit 1 bis 12 Kohlenstoffatomen und worin z 1 oder größer ist und zz 0 oder größer ist und der Einschränkung unterliegt, daß, wenn zz 0 ist, Z die Formel hat:

30



worin z 1 oder größer ist, a im Bereich von 0 bis etwa 2 liegt, b im Bereich von etwa 1 bis etwa 3 liegt, derart, daß $a + b$ kleiner als oder gleich 3 ist, c eine Zahl im Bereich von etwa 1 bis etwa 3 ist, x eine Zahl im Bereich von 5 bis etwa 2.000 ist, y eine Zahl im Bereich von etwa 20 bis etwa 10.000 ist und M eine Silicon-Endgruppe ist.

35

3. Mikroemulsion nach Anspruch 1, worin das oberflächenaktive Mittel eine Phaseninversions-Temperatur im Bereich von etwa 55°C bis etwa 95°C hat.

4. Mikroemulsion nach Anspruch 2, worin der Amingehalt des Silicons im Bereich von etwa 0,10 meq/g bis etwa 10 meq/g liegt.

40

5. Mikroemulsion nach Anspruch 4, worin das mikroemulgierbare Silicon weiter ein Silicon der Formel umfaßt:

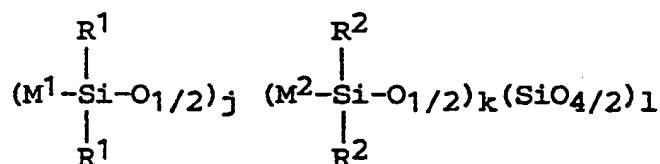


45

worin x eine Zahl im Bereich von 5 bis etwa 2.000 und y eine Zahl im Bereich von etwa 800 bis etwa 10.000 ist.

6. Mikroemulsion nach Anspruch 2, weiter umfassend ein MQ-Harz, das ausgewählt ist aus der Gruppe von MQ-Harzen der Formel:

50



55

worin sowohl R^1 als auch R^2 unabhängig ausgewählt sind aus der Gruppe von Alkylkohlenwasserstoffresten mit 1 bis 12 Kohlenstoffatomen sein können, und sowohl M^1 als auch M^2 unabhängig ausgewählt sind aus der Gruppe bestehend aus Phenyl, Phenethyl, Polyether, Wasserstoff und Alkylkohlenwasserstoffresten mit 1 bis 12 Kohlenstoffatomen in irgendeiner Kombination, wobei die Einschränkung gilt, daß das Verhältnis der tiefgestellten Buchstaben j, k und l die folgende Beziehung erfüllt:

60

$$0,5 \leq (j+k)/l \leq 4,0$$

65

worin das MQ-Harz eine Viskosität im Bereich von 50 bis 5.000 mm²/s bei 25°C hat.

7. Verfahren zum Herstellen einer Mikroemulsion, umfassend:

(a) Auswählen eines mikroemulgierbaren Silicons aus der Gruppe bestehend aus:

(i) einem Silicon der Formel:



worin R ein Kohlenwasserstoffrest mit 1 bis etwa 6 Kohlenstoffatomen ist, Q ein polarer Rest der allgemeinen Formel $-R^1 HZ$ ist, worin R^1 eine zweiwertige Verbindungsgruppe ist, die mit Wasserstoff und einem Rest Z verbunden ist, worin R^1 zusammengesetzt ist aus Kohlenstoff- und Wasserstoffatomen; Kohlenstoff-, Wasserstoff- und Sauerstoffatomen oder Kohlenstoff-, Wasserstoff- und Stickstoffatomen, und Z ein aminhaltiger Rest ist, ausgewählt aus der Gruppe bestehend aus Resten der Formel:



und



worin jedes X von X_2 unabhängig ausgewählt ist aus der Gruppe bestehend aus Wasserstoff und Alkylgruppen mit 1 bis 12 Kohlenstoffatomen und worin z 1 oder größer ist und zz 0 oder größer ist und der Einschränkung unterliegt, daß, wenn zz 0 ist, Z die Formel hat:



worin z 1 oder größer ist, a im Bereich von 0 bis etwa 2 liegt, b im Bereich von etwa 1 bis etwa 3 liegt, derart, daß $a + b$ kleiner als oder gleich 3 ist, c eine Zahl im Bereich von etwa 1 bis etwa 3 ist, x eine Zahl im Bereich von 5 bis etwa 2.000 ist, y eine Zahl im Bereich von etwa 20 bis etwa 10.000 ist und M eine Silicon-Endgruppe ist;

(ii) einem Silicon der Formel:



worin R ein Kohlenwasserstoffrest mit 1 bis etwa 6 Kohlenstoffatomen ist, Q ein polarer Rest der allgemeinen Formel $-R^1 HZ$ ist, worin R^1 eine zweiwertige Verbindungsgruppe ist, die mit Wasserstoff und einem Rest Z verbunden ist, worin R^1 zusammengesetzt ist aus Kohlenstoff- und Wasserstoffatomen; Kohlenstoff-, Wasserstoff- und Sauerstoffatomen oder Kohlenstoff-, Wasserstoff- und Stickstoffatomen, und Z ein aminhaltiger Rest ist, ausgewählt aus der Gruppe bestehend aus Resten der Formel:

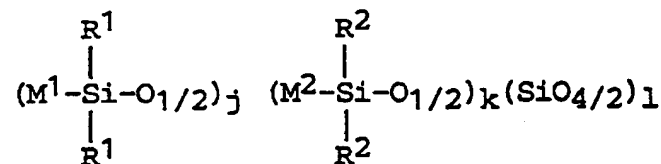


worin z 1 oder größer ist und zz 0 oder größer ist und der Einschränkung unterliegt, daß, wenn zz 0 ist, Z die Formel hat:



worin z 1 oder größer ist, a im Bereich von 0 bis etwa 2 liegt, b im Bereich von etwa 1 bis etwa 3 liegt, derart, daß $a + b$ kleiner als oder gleich 3 ist, c eine Zahl im Bereich von etwa 1 bis etwa 3 ist, x eine Zahl im Bereich von 1 bis etwa 20 ist, y eine Zahl im Bereich von etwa 20 bis etwa 800 ist und M eine Silicon-Endgruppe ist;

(iii) einem Silicon der Formel:



worin sowohl R^1 als auch R^2 unabhängig ausgewählt sind aus der Gruppe von Alkylkohlenwasserstoffresten mit 1 bis 12 Kohlenstoffatomen und sowohl M^1 als auch M^2 unabhängig ausgewählt sind aus der Gruppe bestehend aus Phenyl, Phenethyl, Polyether, Wasserstoff und Alkylkohlenwasserstoffresten mit 1 bis 23 Kohlenstoffatomen in irgendeiner Kombination, wobei die Einschränkung gilt, daß das Verhältnis der tiefgestellten Buchstaben j, k und l die folgende Beziehung erfüllt:

$$0,5 \leq (j + k)/l \leq 4,0$$

worin das MQ-Harz eine Viskosität im Bereich von 50 bis 5000 mm²/s bei 25°C hat; und
(iv) deren Mischungen;

(b) Hinzugeben eines oberflächenaktiven Mittels mit einer Phaseninversions-Temperatur im Bereich von etwa 45°C bis etwa 95°C zu dem Silicon:

(c) Erhitzen des Silicons und des oberflächenaktiven Mittels auf eine Temperatur im Bereich von etwa 45°C bis etwa 95°C;

(d) Hinzugeben von Teil I-Wasser;

(e) Hinzugeben einer Säure und

(f) Hinzugeben von Teil II-Wasser.

8. Verfahren nach Anspruch 7, worin die Stufen (d) und (e) im wesentlichen gleichzeitig ausgeführt werden.

9. Verfahren nach Anspruch 7, worin die Säure der Stufe (e) in dem Wasser der Stufe (d) gelöst wird, um eine Säurelösung herzustellen, und die Säurelösung zu der Mischung von (a) und (b) hinzugegeben wird.

10. Verfahren nach Anspruch 7, worin die Säure ausgewählt wird ausgewählt aus der Gruppe bestehend aus Essig-, Chlorwasserstoff-, Hypophosphor-, Milch-, Propion-, Glykol-, Ameisen- und Salpetersäure.

11. Körperpflege-Produkte, umfassend die Mikroemulsion nach Anspruch 1.

BEST AVAILABLE COPY